

N° d'enregistrement
au C.N.R.S.
A. O. 6187

ARTICLE PRINCIPAL

recouvrant en partie

LA THÈSE DE DOCTORAT ÈS SCIENCES PHYSIQUES

présentée

A L'UNIVERSITÉ PARIS VI

par

Alain SERREAU

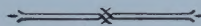
pour obtenir le grade de

DOCTEUR ÈS SCIENCES



SUJET DE LA THÈSE :

Etude de la préparation et des propriétés
mécaniques de monocristaux de fer pur.



Soutenue le 18.12.71 devant la commission d'examen.

G. CHAUDRON Président

J. TALBOT

P. LEHR

O. DIMITROV

} Examineurs

ARTICLE PRINCIPAL

recouvrant en partie

LA THÈSE DE DOCTORAT ÈS SCIENCES PHYSIQUES

présentée

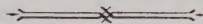
A L'UNIVERSITÉ PARIS VI

par

Alain SERREAU

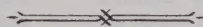
pour obtenir le grade de

DOCTEUR ÈS SCIENCES



SUJET DE LA THÈSE :

**Etude de la préparation et des propriétés
mécaniques de monocristaux de fer pur.**



MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

Soutenue le *18-12-71* devant la commission d'examen.

G. CHAUDRON	Président
J. TALBOT	} Examineurs
P. LEHR	
O. DIMITROV	

ARTICLE PRINCIPAL

Présenté par

LA THÈSE DE DOCTORAT EN SCIENCES PHYSIQUES

présentée

À L'UNIVERSITÉ PARIS VI

par

Alexis SERRAVALLO

pour obtenir le grade de
DOCTEUR EN SCIENCES

SUJET DE LA THÈSE

Étude de la préparation et des propriétés
mécaniques de monocristaux de fer pur.



Remise le 18-12-71 devant la commission d'examen.

G. CHAUDRON Président

J. TALBOT

Examinateur

P. LEHR

G. DIMITROV

Influence de la teneur en impuretés sur le mode de déformation à 77 K du fer monocristallin^(*)

par A. SERREAU et O. DIMITROV^(**)

INTRODUCTION

Selon les conditions expérimentales, le fer peut se déformer par glissement ou par maclage. La rupture intervient après une déformation plus ou moins importante et il est parfois possible d'observer un comportement fragile. Parmi les facteurs qui interviennent on peut citer la vitesse et la température de déformation ainsi que la pureté du métal utilisé.

A la température ambiante, la déformation par traction s'effectue toujours par glissement; par contre, aux basses températures, le maclage et la fragilité peuvent apparaître. Nous avons précédemment observé que des monocristaux de fer à basse teneur en métaalloïdes ne présentaient pas, contrairement au fer de pureté courante, de maclage au cours de la traction à 77 K (1). Cela nous a conduit à étudier l'influence de la teneur en carbone et en oxygène sur le mode de déformation à la température de l'azote liquide.

MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

Au cours de cette étude, nous avons utilisé deux qualités de fer : un fer pur industriel (fer O.H.) refondu sous atmosphère d'hydrogène et un fer de haute pureté préparé au laboratoire de Vitry par la méthode de la zone fondue. L'analyse de ces deux nuances est donnée dans le tableau I. Il s'agit de dosages effectués avant préparation des monocristaux.

Les éprouvettes de traction sont des parallélépipèdes

ayant une épaisseur de 0,35 mm et une surface de $20 \times 5 \text{ mm}^2$. Elles sont découpées à la scie électrolytique dans des plaquettes monocristallines obtenues par la méthode d'écrouissage critique et recuit avec carburation intermédiaire (2). Après découpage, les éprouvettes sont recuites 48 heures sous hydrogène purifié par passage à travers une valve au palladium.

Les essais de traction à 77 K ont été effectués par immersion des éprouvettes dans un bain d'azote liquide. Après traction, la teneur en carbone et en oxygène des échantillons est déterminée par fusion oxydante ou réductrice suivie de chromatographie en phase gazeuse (3) (4).

Pour chaque essai, nous avons tracé la courbe donnant la contrainte F/S_0 en fonction de l'allongement $\Delta L/L_0$ exprimé en %. La limite élastique E_0 est définie comme étant la contrainte pour laquelle on observe un écart sensible par rapport à la linéarité; cela correspond à une déformation voisine de $2 \cdot 10^{-5}$. Nous avons également mesuré une limite élastique conventionnelle à 0,2 % d'allongement ($E_{0,2}$). Dans les conditions expérimentales que nous avons utilisées, on peut estimer que l'erreur faite sur la mesure de la limite élastique est de $\pm 4 \%$. Cette estimation a été confirmée par des essais effectués sur plusieurs éprouvettes identiques.

Pour comparer le comportement d'éprouvettes dont les axes de traction ont des orientations différentes, nous avons également calculé la cisssion critique de glissement τ_0 et la cisssion à 0,2 % d'allongement. En raison des difficultés de détermination du système de glissement effectif (1), nous avons rapporté les cisssions à la direction $\langle 111 \rangle$ la plus favorable et au plan contenant cette direction pour lequel la cisssion est maximale.

(*) Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société Française de Métallurgie. Paris (octobre 1970).

(**) Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique. Vitry-sur-Seine.

TABLEAU I
Analyse des deux qualités de fer utilisées

Fer O.H. purifié		Fer de zone fondue			
Elément	Concentration	Elément	Concentration	Elément	Concentration
C	10	C	20	Hf	≤ 0,001
N	15	N	10	Mn	0,04
O	5	O	20	Mo	0,07
S	12,3	S	0,08	Ni	0,1
P	34,5	P	1,2	Au	0,002
Si	30	Sb	0,001	Sc	≤ 0,005
Mn	35	Ag	≤ 0,02	Se	≤ 0,05
Ni	14,7	As	0,002	Na	0,03
Cr	11,2	Al	2,5	Sr	≤ 0,1
Co	4	Ba	≤ 0,1	Te	≤ 0,05
Mo	0,1	Ca	≤ 0,1	W	0,002
Ag	0,01	Cr	0,08	Zn	≤ 0,01
		Co	0,2	Zr	≤ 0,01
		Cu	0,6	Terres rares	≤ 0,005
		Ga	0,002	K, Rb	≤ 0,1

Les concentrations sont exprimées en 10⁻⁶ en poids.

ESSAIS DE TRACTION A 77 K

Monocristaux de fer de titre 99,98 %.

Plusieurs éprouvettes monocristallines d'orientations différentes (fig. 1) ont été tractionnées jusqu'à rupture dans l'azote liquide. La limite élastique, la contrainte à 0,2 % d'allongement, les cisssions correspondantes et l'allongement à rupture de ces éprouvettes sont indiqués dans le tableau II. Des courbes de traction caractéristiques sont représentées dans la figure 2.

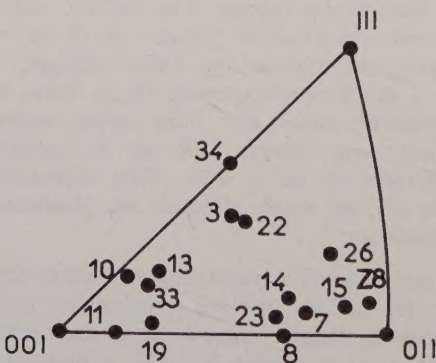


Fig. 1. — Orientation des axes de traction des monocristaux dont les résultats sont présentés.

Limites élastiques. Cisssions critiques.

Les valeurs des limites élastiques et des cisssions critiques sont dispersées et les écarts observés sont nettement

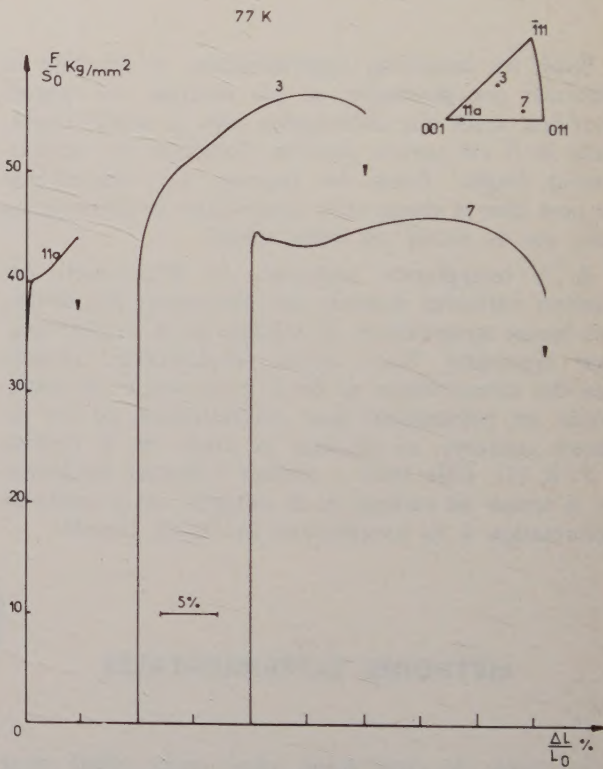


Fig. 2. — Courbes de traction à 77 K de monocristaux de fer de diverses orientations.

supérieurs à l'erreur de mesure. Par ailleurs, ils ne sont pas dus à la différence des vitesses de déformation. En effet, la comparaison des éprouvettes 11 a et 11 b du tableau II ainsi que l'étude de l'influence de la vitesse de traction sur la contrainte de déformation (5) montrent que l'effet de la vitesse ne peut produire que des écarts inférieurs à ceux qui sont effectivement

TABLEAU II

Propriétés mécaniques de monocristaux de fer de titre 99,98 % tractionnés à 77 K

Eprouvette	E_0 en kg/mm ²	$E_{0,2}$ en kg/mm ²	τ_0 en kg/mm ²	$\tau_{0,2}$ en kg/mm ²	Allongement à rupture en %	Vitesse de traction en s ⁻¹
3	40,6	47,8	19,3	22,3	20	$1,7 \cdot 10^{-3}$
7	43,4	44	21,3	21,6	27	$1,7 \cdot 10^{-3}$
8 _b	36	39,4	17,3	19	51	$8,3 \cdot 10^{-4}$
11 _b	34,6	38,9	16,8	18,9	non déterminé	$8,3 \cdot 10^{-4}$
11 _a	34,6	39	16,8	18,9	5	$8,3 \cdot 10^{-5}$
10	39,4	43,9	19,4	21,6	10	$8,3 \cdot 10^{-5}$

observés. On peut donc penser que la cisssion critique à 77 K dépend de l'orientation sans qu'il soit possible de donner une relation simple. Les écarts que nous avons mis en évidence ne sont pas aussi importants que ceux signalés par Stein et Low (6). Une telle différence entre les résultats de ces auteurs et les nôtres peut s'expliquer par le fait que les cisssions les plus faibles et les cisssions les plus fortes qu'ils ont observées correspondent à des orientations très particulières que nous n'avons pas testées.

Rupture.

D'après nos résultats (tableau II, fig. 2 et 6), on voit que le mode de rupture et l'allongement à rupture varie selon l'orientation des éprouvettes. L'éprouvette 11 a (fig. 2) dont l'axe de traction est proche de [001] se déforme peu et se rompt par clivage; l'éprouvette 8 b (fig. 6) présente une striction de 100 % après un allongement de 51 %. Les autres échantillons ont un comportement intermédiaire entre ces deux éprouvettes. L'influence de l'orientation s'explique par le fait que le clivage se produit toujours sur des plans {100}. On voit immédiatement que plus l'angle entre l'axe de traction et la normale à (001) est faible, plus la contrainte normale à ce plan sera importante, et plus le clivage sera aisé. Il en résultera un allongement à rupture plus faible.

De nombreux travaux ont montré qu'il est possible, pour une température donnée, de définir un angle entre l'axe de traction et [001] en-dessous duquel les éprouvettes ont un comportement fragile, c'est-à-dire se rompent par clivage sans déformation plastique préalable. Dans les essais que nous avons effectués avec des monocristaux de fer de titre 99,98 % (teneur en C $\approx 10 \times 10^{-6}$ et O $\approx 10 \times 10^{-6}$), nous n'avons jamais observé de fragilité, même pour l'éprouvette 11 a dont l'axe de traction ne fait avec [001] qu'un angle de 8°. L'angle qui caractérise la limite entre la zone de fragilité et la zone de ductilité est donc inférieur à 8° pour nos échantillons. Cette valeur, qui est beaucoup plus faible que les valeurs comprises entre 21° et 28° déterminées par d'autres auteurs (7, 8, 9, 10), provient sans doute de la faible teneur en oxygène de

nos éprouvettes. En effet, comme nous le verrons dans le paragraphe suivant, quand la concentration en oxygène est plus élevée, la fragilité peut apparaître, même pour des orientations géométriquement peu favorables au clivage (éprouvette 15 a, tabl. IV et fig. 1). Ces

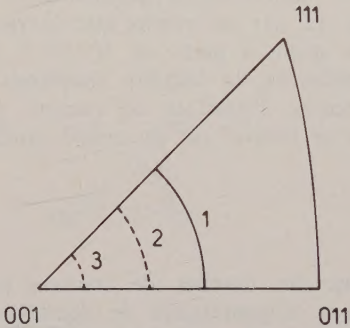


Fig. 3. — Limite entre la zone de fragilité et la zone de ductilité à 77 K.
1. — d'après Jaoul et Gonzalez (7);
2. — d'après Tomalin et Stein (11);
3. — présente étude.

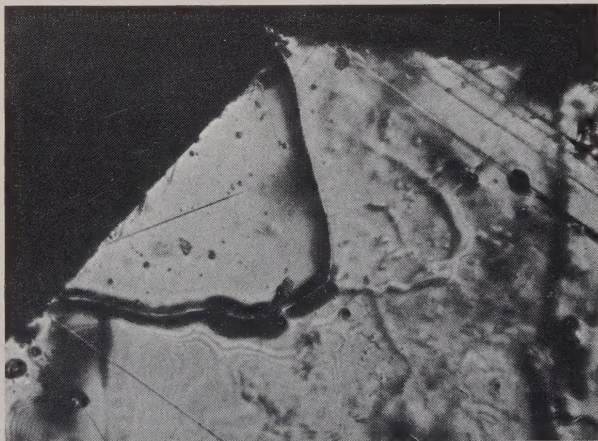


Fig. 4. — Présence d'un cristal insulaire dans la zone de rupture.
Traction à 77 K (monocristal 15a, teneur en oxygène = $80 \cdot 10^{-6}$) $\times 91$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

résultats sont à rapprocher de ceux de Tomalin et Stein (11) qui ont observé qu'en abaissant la teneur en oxygène jusqu'à 5×10^{-6} , il était possible de favoriser la ductilité des monocristaux de fer à basse température. Nous avons représenté sur le triangle stéréographique de la figure 3 les limites entre la zone de fragilité et la zone de ductilité pour différentes qualités de fer. Les limites 2 et 3 sont en fait des estimations supérieures, aucune éprouvette n'ayant montré de comportement fragile au cours des essais qui ont permis de les tracer.

L'effet de l'oxygène sur la fragilité pourrait être lié à la présence de cristaux insulaires (les monocristaux de fer préparés par écrouissage critique et recuit contiennent souvent des insulaires), ou bien à l'apparition du maillage (voir p. 439). Nos observations nous amènent à retenir la première hypothèse. En effet, dans le cas où l'éprouvette se rompt par clivage, on observe généralement un cristal insulaire localisé sur la face de rupture. C'est le cas de la micrographie de la figure 4, se rapportant à un échantillon qui contient $80 \cdot 10^{-6}$ d'oxygène. Il est alors possible d'expliquer l'influence de l'oxygène sur la rupture des monocristaux de fer par l'action fragilisante de cet élément sur le joint entre le monocristal et l'insulaire; en effet, plusieurs études (12, 13) ont montré que l'oxygène fragilise les joints de grains à partir de $30 \cdot 10^{-6}$. Par contre, dans l'hypothèse où la fragilité résulterait de croisements de macles, l'interface de rupture n'aurait pas de raison de se trouver sur un cristal insulaire.

Maillage.

Sur aucune des courbes de traction à 77 K des figures 2 et 6 n'apparaissent de décrochements « en dents de scie » qui traduisent la formation de macles. L'absence de maillage décelable sur les courbes de traction est systématique quand on utilise des éprouvettes à basse teneur en carbone et en oxygène. Pourtant un examen par microscopie optique des éprouvettes rompues permet d'observer dans certains cas des

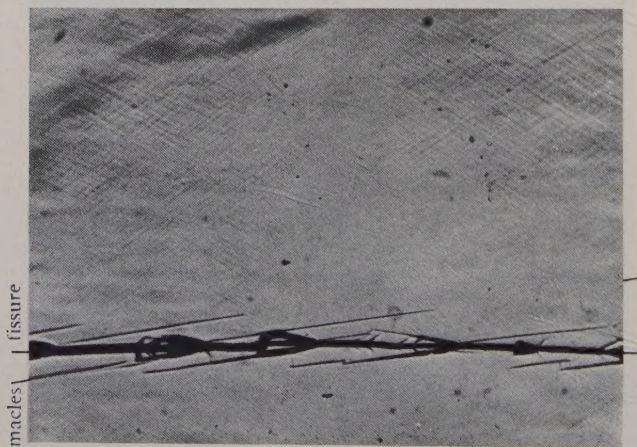


Fig. 5. — Macles et fissures à la surface d'une éprouvette dont la courbe de traction ne présente pas de décrochements. $\times 200$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

macles et des fissures au voisinage de la surface de rupture. La micrographie de la figure 5, qui a été prise sur une éprouvette rompue à 77 K, montre l'aspect de ces macles et de ces fissures. Les fissures observées en surface correspondent à la trace de plans $\{100\}$ et les directions des macles à la trace de plans $\{112\}$.

Pour expliquer la présence de ces macles, deux hypothèses sont possibles. La première consiste à penser que les macles observées se produisent au cours de la déformation et que la rupture par clivage se produit immédiatement après. Plusieurs théories (14) (15) prévoient en effet que les contraintes en bout de macles permettent d'amorcer le clivage, à l'intersection de deux macles. Ces théories ont été vérifiées expérimentalement pour certaines orientations par Terasaki (16). Dans la seconde hypothèse on admet que la formation des macles est due aux contraintes résultant de la propagation du clivage (17); cette théorie a été confirmée expérimentalement dans le cas du fer polycristallin par plusieurs auteurs (18) (19). Nous pensons que c'est cette interprétation qui est à retenir pour expliquer la présence de macles dans nos éprouvettes rompues, quand aucun décrochement n'est visible sur la courbe de traction. En effet, les macles que l'on peut observer dans ce cas sont très localisées, dans la zone proche de la cassure; d'autre part, comme le montre la figure 5, les macles sont alignées le long d'une fissure.

Influence de la teneur en métalloïdes sur le mode de déformation à 77 K.

Nous avons vu dans le paragraphe précédent que, pour des éprouvettes de fer de titre 99,98 % ayant une teneur en carbone et en oxygène de l'ordre de

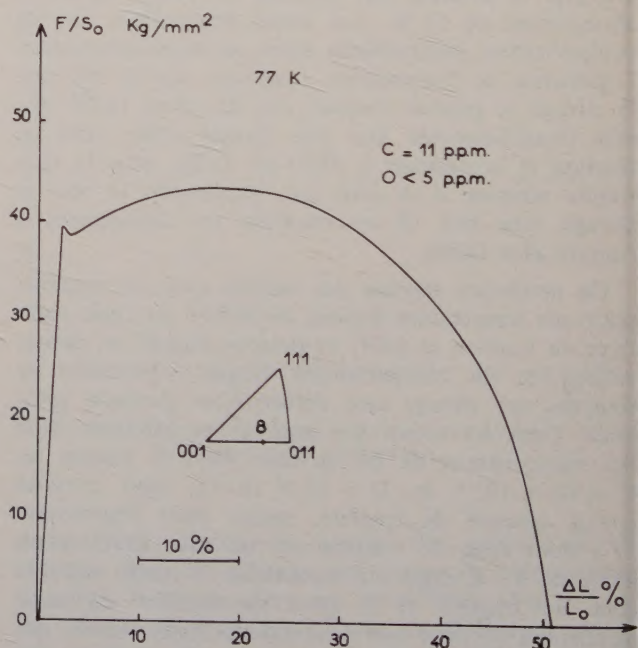


Fig. 6. — Courbe de traction à 77 K d'un monocristal de fer (N° 8b) ayant une teneur en oxygène faible ($\bar{\epsilon} = 8,3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$).

$10 \cdot 10^{-6}$, la déformation par traction dans l'azote liquide se produisait par glissement quelle que soit leur orientation. Quand la teneur en métalloïdes est supérieure, les éprouvettes se déforment à 77 K, soit par glissement, soit par maclage. Les courbes de traction à 77 K de monocristaux de fer ayant des teneurs en

métalloïdes différentes sont représentées sur les figures 6, 7, 8 et 9. On voit que pour certains échantillons il est possible d'observer le maclage et même un comportement fragile.

Un examen par microscopie optique des éprouvettes dont la courbe de traction présente des décrochements révèle la présence de nombreuses macles de déformation (fig. 10) qui n'offrent pas le même aspect que celles de la figure 5.

Pour déterminer quel est l'élément étranger responsable du maclage nous avons réalisé deux séries d'essais; dans la première série, nous avons utilisé des éprouvettes de teneurs en carbone variables, la teneur en

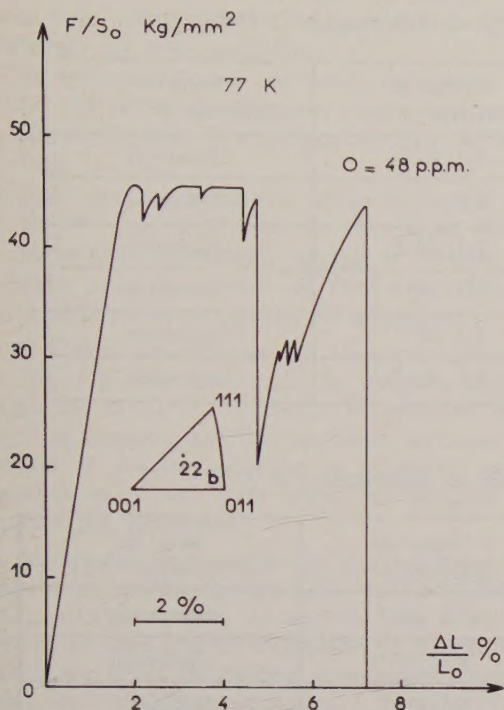


Fig. 7. — Courbe de traction à 77 K d'un monocristal de fer contenant $48 \cdot 10^{-6}$ d'oxygène ($\dot{\epsilon} = 8,3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$).

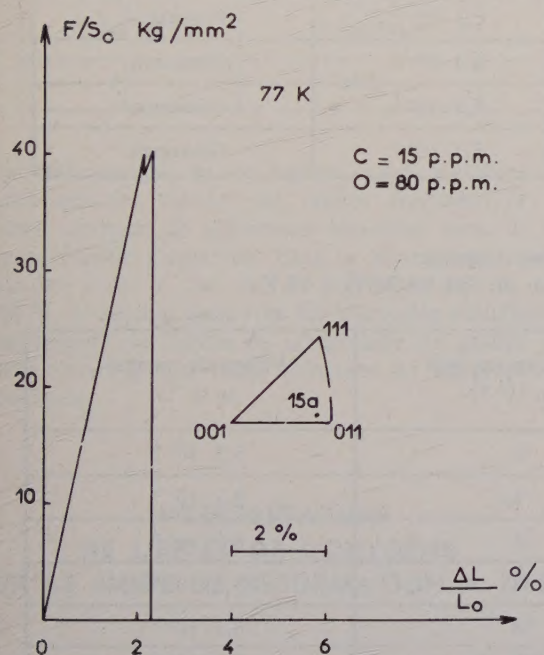


Fig. 8. — Courbe de traction à 77 K d'un monocristal de fer contenant $80 \cdot 10^{-6}$ d'oxygène ($\dot{\epsilon} = 8,3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$).

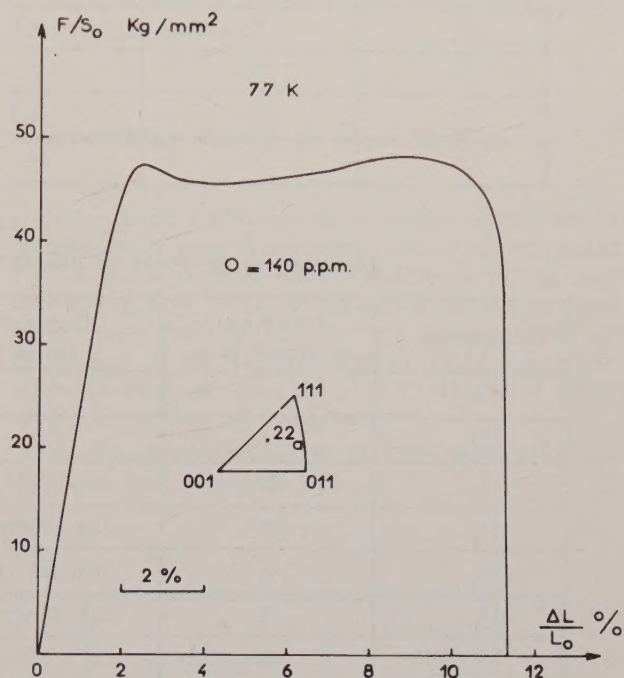


Fig. 9. — Courbe de traction à 77 K d'un monocristal de fer contenant $140 \cdot 10^{-6}$ d'oxygène ($\dot{\epsilon} = 8,3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$).

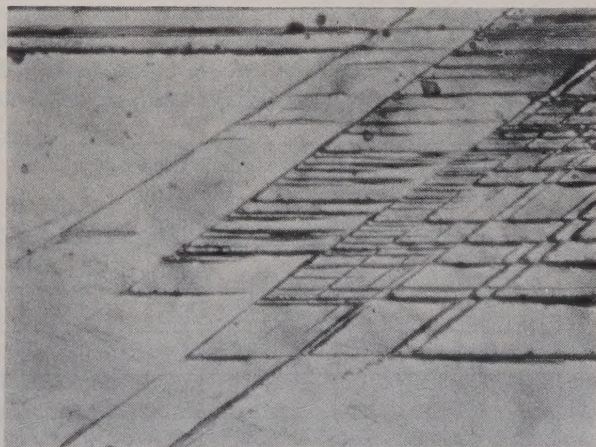


Fig. 10. — Macles à la surface d'une éprouvette dont la courbe de traction présente des décrochements. $\times 91$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

oxygène étant faible dans tous les cas. La seconde série a été effectuée avec des éprouvettes de teneur en oxygène variant de $5 \cdot 10^{-6}$ à $155 \cdot 10^{-6}$, la teneur en carbone étant de l'ordre de $10 \cdot 10^{-6}$. L'addition de métalloïdes a été faite après obtention des monocristaux, au cours d'un recuit à 870°C . On peut donc considérer

que la structure des éprouvettes est la même avant et après addition de métalloïdes; en particulier, nous avons vérifié micrographiquement que le nombre et la taille moyenne des cristaux insulaires éventuellement présents n'étaient pas modifiés. Les résultats de ces essais sont reportés dans les tableaux II, III et IV.

TABLEAU III

Influence de la teneur en carbone sur le mode de déformation à 77 K

Eprouvette	Teneur en C (en 10^{-6})	Teneur en O (en 10^{-6})	Vitesse de traction (s^{-1})	Mode de déformation à 77 K
7	10	5	$1,7 \cdot 10^{-3}$	Glissement
8 _b	11	≤ 5	$8,3 \cdot 10^{-4}$	Glissement
23 _a	12	6,5	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement
3	20	5	$1,7 \cdot 10^{-3}$	Glissement
23 _b	30	6,5	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement
13	38	14	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement

TABLEAU IV

Influence de la teneur en oxygène sur le mode de déformation à 77 K

Eprouvette	Teneur en O (en 10^{-6})	Teneur en C (en 10^{-6})	Vitesse de traction (s^{-1})	Mode de déformation à 77 K
8 _b	≤ 5	11	$8,3 \cdot 10^{-4}$	Glissement
23 _a	6,5	12	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement
15 _b	25	13	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Maclage
22 _b	48	non déterminée	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Maclage
26 _b	49	non déterminée	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement
14 _b	58	non déterminée	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Maclage
15 _a	80	15	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Fragilité
26 _a	80	7,5	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement
22 _a	140	non déterminée	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement
14 _a	155	non déterminée	$8,3 \cdot 10^{-5}$	Glissement

TABLEAU V

Influence de la teneur en oxygène sur la cission critique de glissement du fer de titre 99,98 % à 77 K

Eprouvette	Cission critique de glissement kg/mm^2	Teneur en oxygène (en 10^{-6})	Vitesse de traction en (s^{-1})
8 _b	17,3	5	$8,3 \cdot 10^{-4}$
23 _a	14,8	6,5	$8,3 \cdot 10^{-5}$
15 _b	19,3	25	$8,3 \cdot 10^{-5}$
22 _b	20	48	$8,3 \cdot 10^{-5}$
14 _b	16,3	58	$8,3 \cdot 10^{-5}$
22 _a	17,6	140	$8,3 \cdot 10^{-5}$
14 _a	15,8	155	$8,3 \cdot 10^{-5}$

Toutes les éprouvettes ayant une teneur en oxygène faible se sont déformées par glissement, quelle que soit leur teneur en carbone (tabl. III). L'apparition du maillage au cours de la déformation par traction à 77 K ne peut donc être reliée au carbone, dans le domaine de concentration étudié.

En ce qui concerne l'effet de l'oxygène sur la déformation à 77 K, la situation est moins claire. D'après leur comportement, les éprouvettes peuvent être classées en trois catégories :

- les éprouvettes ayant une teneur en oxygène faible ($\leq 6,5 \cdot 10^{-6}$) se déforment uniquement par glissement (tableau II et éprouvette 23 a du tableau IV);
- pour des concentrations comprises entre 25 et $80 \cdot 10^{-6}$, on peut observer trois types de comportement : glissement, maillage et fragilité;
- enfin pour des teneurs de l'ordre de $150 \cdot 10^{-6}$, la déformation se produit par glissement.

On voit d'après ces résultats que toutes les éprouvettes ayant maillé avaient une teneur en oxygène supérieure ou égale à $25 \cdot 10^{-6}$. Toutefois, la présence de cet élément ne constitue pas une condition suffisante pour provoquer le maillage, comme le montrent certaines éprouvettes ayant une forte teneur en oxygène et se déformant par glissement.

La déformation par maillage qui se produit par cisaillement sur un système du type $(\bar{1}\bar{1}2)[111]$ est influencée par l'orientation de l'axe de traction (20). Il est donc important de noter que les différences de comportement au cours des essais de traction dans l'azote liquide ne peuvent être attribués uniquement à un effet d'orien-

tation. Il suffit pour cela de comparer des éprouvettes de même orientation, mais présentant des concentrations en oxygène différentes (éprouvettes 14 a et 14 b, 15 a et 15 b, 22 a et 22 b du tableau IV).

En résumé, nous pouvons dire que le mode de déformation à 77 K est sensible à la teneur en oxygène des échantillons, alors que le carbone n'a pas d'influence dans le domaine de concentrations étudié, c'est-à-dire de 10 à $38 \cdot 10^{-6}$. Les conclusions concernant l'influence de l'oxygène, qui confirment les résultats de Tomalin et Stein (11) sont en désaccord avec ce qui est généralement admis quant à l'effet de la pureté sur la déformation des métaux de structure cubique centrée à basse température; pour ces métaux, en effet, de nombreux auteurs, et en particulier Simonsen (21) dans le fer, ont observé qu'une augmentation de la pureté favorisait le maillage.

Monocristaux de fer de zone fondue.

Pour étudier l'influence de la pureté globale sur la déformation à basse température, nous avons tractionné à 77 K une éprouvette monocristalline de fer de zone fondue (fig. 1, n° Z 8). La vitesse de traction au cours de cet essai était de $8,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Comme pour les éprouvettes de fer de titre 99,98 % ayant une teneur faible en oxygène (on a ici $O = 13 \cdot 10^{-6}$), la déformation se produit par glissement.

Les propriétés mécaniques de cette éprouvette sont indiquées dans le tableau VI.

TABLEAU VI

E_0 en kg/mm ²	$E_{0,2}$ en kg/mm ²	τ_0 en kg/mm ²	$\tau_{0,2}$ en kg/mm ²	Allongement à rupture en %
40	43,3	20,7	21,3	18

La comparaison de ce tableau avec le tableau II montre que les valeurs des limites élastiques et des cisssions critiques de glissement mesurées avec du fer de zone fondue s'inscrivent dans la gamme des valeurs observées dans le cas du fer O.H. purifié de titre 99,98 %. Il semble donc que les impuretés métalliques, à des teneurs de l'ordre de la centaine de parties par million n'aient qu'une faible influence sur les propriétés mécaniques.

INTERPRÉTATION DE L'EFFET DE L'OXYGÈNE SUR LE MODE DE DÉFORMATION A 77 K

Comme nous l'avons montré précédemment, le mode de déformation à la température de l'azote liquide est

sensible à la teneur en oxygène des éprouvettes de traction. Pour expliquer le rôle de cet élément vis-à-vis du maillage, il est nécessaire de considérer les cisssions critiques de maillage et de glissement et également la structure de déformation à l'échelle de la microscopie électronique.

Cission critique de glissement. Cission critique de maillage.

Le fait que le maillage soit plus favorisé que le glissement pour certaines teneurs en oxygène peut s'expliquer de plusieurs manières. La première possibilité est que la cission critique de glissement τ_{0G} augmente avec la teneur en oxygène; une seconde possibilité consiste à admettre que la cission critique de maillage τ_{0M} diminue quand la concentration en oxygène aug-

mente. On pourrait également admettre que τ_{0G} et τ_{0M} varient simultanément avec la teneur en oxygène de manière à ce que la cisssion critique de maclage soit atteinte avant la cisssion de glissement, au-delà d'une certaine teneur. Pour choisir entre ces hypothèses, nous avons déterminé les cisssions critiques de glissement et de maclage d'éprouvettes ayant différentes concentrations en oxygène.

Les cisssions critiques de glissement sont indiquées dans le tableau V. Si on compare les cisssions d'éprouvettes de même orientation mais de pureté différente (éprouvettes 14 a et 14 b, 22 a et 22 b) on voit que les cisssions les plus faibles correspondent aux concentrations en oxygène les plus élevées. La figure 11 où nous

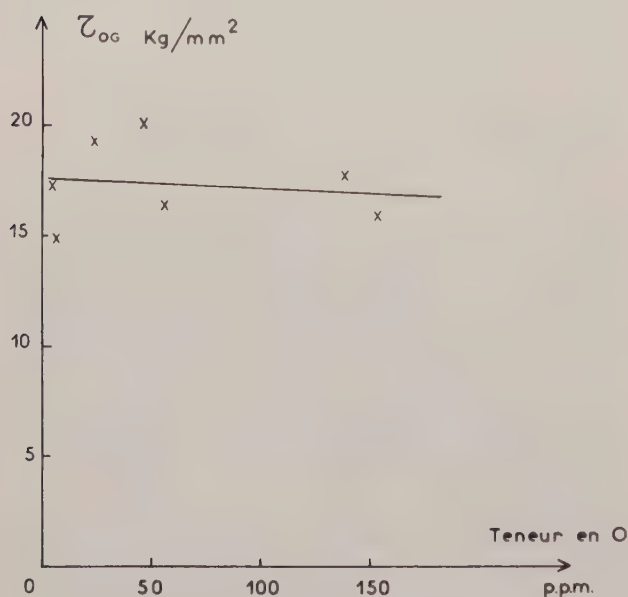


Fig. 11. — Variation de la cisssion critique de glissement à 77 K en fonction de la teneur en oxygène.

avons reporté les valeurs de τ_{0G} des éprouvettes du tableau V montre également que la cisssion critique de glissement décroît légèrement quand la teneur en oxygène augmente. On peut donc conclure à partir de ces résultats que si le maclage apparaît pour certaines valeurs de la concentration en oxygène, cela n'est pas dû à une augmentation de τ_{0G} ; il faut donc envisager la seconde hypothèse.

La cisssion critique de maclage est calculée en rapportant la contrainte correspondant à la formation de la première macle au système de maclage le plus favorisé géométriquement. Dans le cas où la déformation s'est produite uniquement par glissement, nous avons déterminé une limite inférieure de la cisssion critique de maclage, en rapportant la contrainte maximale au système de maclage qui serait le plus favorisé.

Si l'on reporte sur un même graphique (fig. 12) les valeurs des cisssions critiques de maclage des différents échantillons en fonction de leur teneur en oxygène (pour les éprouvettes qui n'ont pas maclé, nous avons représenté la limite inférieure de la cisssion critique de maclage) on s'aperçoit que τ_{0M} décroît rapidement jusqu'à une teneur en oxygène de $25 \cdot 10^{-6}$. Nous allons maintenant examiner ce qui se passe pour des concentrations en oxygène, supérieures ou égales à $25 \cdot 10^{-6}$. Si on admet que le maclage se produit quand la charge appliquée à l'éprouvette est telle que la cisssion critique de maclage soit atteinte, on peut en déduire que pour des éprouvettes qui se sont déformées uniquement par glissement, la cisssion résolue dans le système de maclage le plus favorisé est constamment restée inférieure à la cisssion critique de maclage. On devrait observer que tous les points représentatifs des échantillons déformés par glissement sont situés en-dessous des points correspondants aux éprouvettes maclées. Ceci n'est pas vérifié par nos résultats (éprouvette 26 b par exemple). Il est possible d'expliquer ce phénomène si la cisssion critique de maclage est atteinte localement, bien que la contrainte rapportée à l'ensemble de l'éprouvette corres-

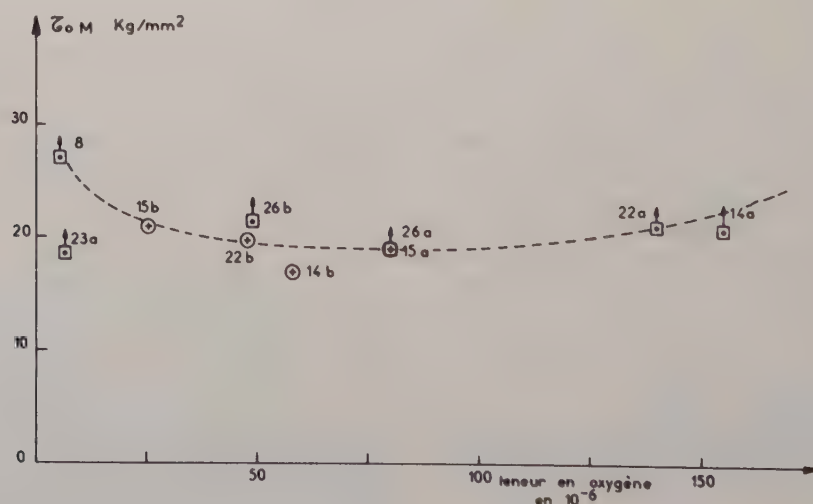


Fig. 12. — Variation de la cisssion critique de maclage en fonction de la teneur en oxygène (les points fléchés représentent les limites inférieures déterminées sur les échantillons n'ayant pas maclé).

ponde à une cisssion plus faible. La formation de macles serait donc liée à l'existence de contraintes locales plus fortes que celles qui sont mesurées sur l'ensemble de la section de l'éprouvette. Nous verrons plus loin comment ces concentrations de contraintes peuvent être créées.

Etude par microscopie électronique des éprouvettes déformées à 77 K.

Pour déterminer si les différences observées dans le comportement au cours des essais de traction à 77 K pouvaient être attribuées à des différences dans l'arrangement des dislocations, nous avons examiné par microscopie électronique en transmission des lames minces obtenues à partir d'éprouvettes monocristallines de différentes puretés et s'étant déformées par glissement ou par maclage.

Echantillons déformés par glissement.

Plusieurs monocristaux (éprouvettes 11, 19 a et 33) ont été tractionnés à 77 K à des taux de déformation allant jusqu'à 10 % sans que le maclage n'apparaisse au cours de la déformation. L'examen de ces échantillons nous a permis d'étudier la structure de déformation des monocristaux de fer se déformant par glissement (fig. 13 à 15).

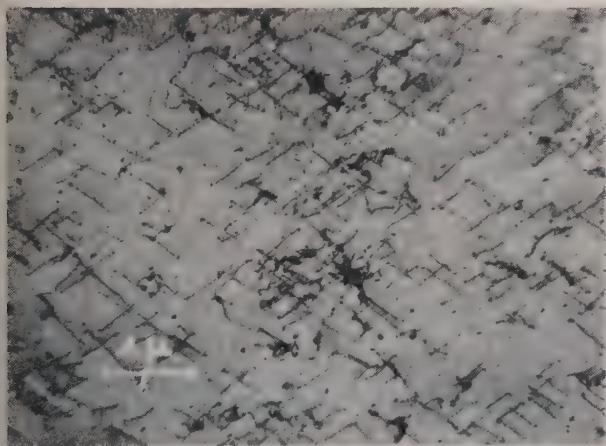


Fig. 13. — Monocristal 11 déformé de 4 % par glissement à 77 K. Micrographie électronique. $\times 17\,000$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

Dans tous les cas, les dislocations observées sont allongées dans des directions correspondant à la projection d'une direction $\langle 111 \rangle$ sur le plan de la lame; on remarque également la présence de nombreuses boucles. Il est intéressant de noter que la répartition des dislocations est homogène, ceci quel que soit le taux de déformation.



Fig. 14. — Monocristal 19a déformé de 5 % par glissement à 77 K. Micrographie électronique. $\times 8\,000$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

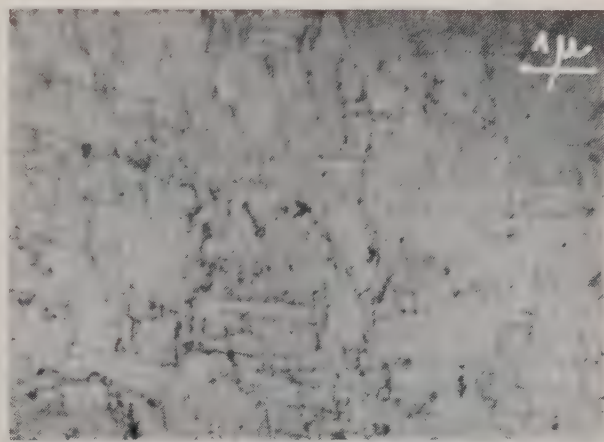


Fig. 15. — Monocristal 33 déformé de 10 % par glissement à 77 K. Micrographie électronique. $\times 13\,400$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

Echantillons maclés.

Nous avons observé des lames minces provenant d'éprouvettes ayant maclé à 77 K (éprouvettes 19 b-34). L'éprouvette 34 s'est déformée de 1 % par maclage et s'est rompue par clivage. Les échantillons examinés sont issus de l'une des moitiés de l'éprouvette. La courbe de traction correspondant à l'éprouvette 19 b présente un décrochement; la traction a été interrompue après un allongement de 8 %.

L'aspect au microscope électronique des éprouvettes ayant maclé est différent suivant que l'on se trouve ou non au voisinage immédiat de la macle. Loin d'une macle, la répartition des dislocations dans la matrice est homogène et assez semblable à celle des échantillons n'ayant pas maclé (fig. 16). Au voisinage d'une macle, au contraire, la répartition est hétérogène comme l'indique la figure 17 (prise sur le même échantillon que la figure 16). La densité des dislocations est plus forte dans la macle que dans la région de la matrice proche de la macle.



Fig. 16. — Monocrystal 34 déformé de 1 % par maclage à 77 K. Micrographie électronique. $\times 13\,400$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

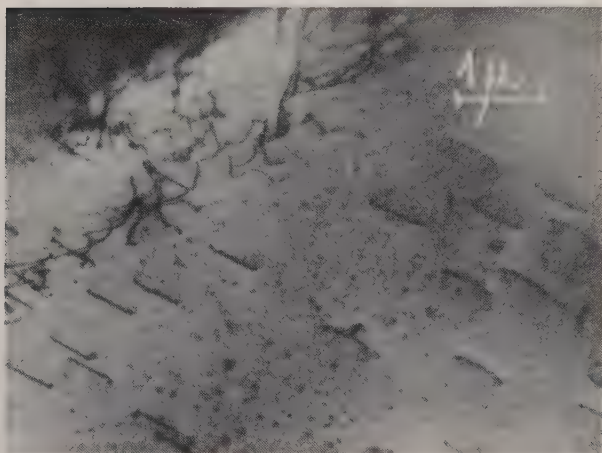


Fig. 17. — Monocrystal 34 déformé de 1 % par maclage à 77 K. Micrographie électronique. $\times 15\,200$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

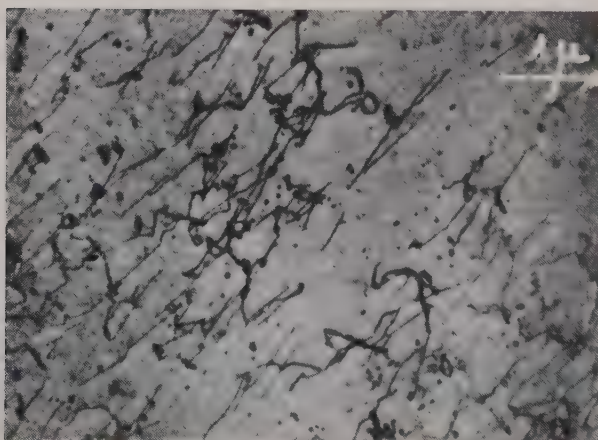


Fig. 18. — Monocrystal 19b déformé de 8 % par maclage et glissement à 77 K. Micrographie électronique. $\times 17\,200$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

Dans le cas où l'éprouvette subit une importante déformation par maclage, puis par glissement (éprouvette 19 b), l'aspect observé dans la matrice est comparable à celui que l'on peut observer dans un échantillon de même orientation et s'étant déformé uniquement par glissement (éprouvette 19 a). C'est ce que montre la comparaison des micrographies 14 et 18.

Toutes ces observations par microscopie électronique conduisent aux conclusions suivantes : dans le cas où la déformation se produit par glissement, la répartition des dislocations est uniforme; au contraire, quand le maclage apparaît, la densité de dislocations varie suivant les plages examinées. Dans la matrice, la répartition des dislocations ne semble pas dépendre du mode de déformation. Il n'est donc pas possible de relier les différences de modes de déformation à 77 K à des différences dans l'arrangement des dislocations à l'échelle microscopique.

Concentrations de contraintes.

La possibilité que l'apparition du maclage soit due à des concentrations de contraintes a déjà été signalée (22) (23). Parmi les causes possibles de ces contraintes locales, ont été citées l'existence de précipités (22) et le glissement préalable (23). Nos observations par microscopie électronique nous font penser que dans nos essais le maclage n'est pas dû à des précipités. En effet, nous n'avons jamais vu de précipités d'une manière directe; de plus, les dislocations seraient très affectées par la présence de ceux-ci. Par ailleurs, la similitude des arrangements de dislocations, entre les échantillons ayant maclé et ceux déformés uniquement par glissement (paragraphe « Etude par microscopie.. 77 K » ci-dessus), permet d'éliminer la seconde hypothèse citée. Nous avons donc été amenés à envisager d'autres causes de concentrations de contraintes.

Au cours de nos essais, nous avons souvent observé que la région de l'éprouvette où se trouvaient les macles contenait un cristal insulaire. C'est ce que montre la micrographie optique de la figure 19. On peut penser



Fig. 19. — Cristal insulaire dans un monocristal ayant maclé. $\times 40$ (réduction de 3/11 à la reproduction).

que les contraintes suffisamment fortes pour déclencher le maclage sont localisées au voisinage du cristal insulaire. Dans ce cas, la présence d'oxygène pourrait favoriser le maclage en fragilisant le joint entre le cristal insulaire et la matrice. Au contraire, dans le cas du fer pur, la présence d'insulaire ne suffit pas à favoriser le maclage puisque la teneur en oxygène de $10 \cdot 10^{-6}$ ne fragilise pas le joint.

Avec cette hypothèse, la cisssion critique de maclage que l'on mesure doit dépendre du nombre de cristaux insulaires, de leur taille et de la concentration en oxygène présent dans l'éprouvette; cela permet d'expliquer la grande dispersion généralement observée dans les valeurs de la cisssion critique de maclage.

CONCLUSION

Les essais de traction que nous avons effectués sur des monocristaux de fer à la température de l'azote liquide montrent que la pureté joue un rôle très important en ce qui concerne le mode de déformation. Quand les éprouvettes utilisées ont une teneur en métalloïdes suffisamment basse, la déformation se produit uniquement par glissement, le mode de rupture dépendant de l'orientation.

Des additions de carbone jusqu'à des teneurs de $40 \cdot 10^{-6}$ nous ont permis de constater que le mode de déformation des monocristaux de fer à 77 K n'est pas affecté par la présence de cet élément.

Au contraire, la présence d'oxygène permet de voir apparaître un mode de déformation supplémentaire. C'est ainsi que des échantillons ayant des teneurs en oxygène supérieures ou égale à $25 \cdot 10^{-6}$ se sont déformés par maclage. L'oxygène a également une influence sur la ductilité; alors que toutes les éprouvettes de fer pur se sont déformées plastiquement avant la rupture, la présence d'oxygène peut conduire à un comportement fragile.

D'après les résultats que nous avons obtenus, il n'est pas possible de relier l'effet de l'oxygène à une modi-

fication des valeurs des cisssions critiques de glissement et de maclage. Par contre, la présence de cristaux insulaires permet d'interpréter l'influence de l'oxygène sur la déformation à 77 K. L'oxygène en fragilisant le joint entre le cristal insulaire et la matrice monocristalline crée des concentrations de contraintes qui peuvent amorcer le maclage ou le clivage.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) A. SERREAU, M^{me} J. RZEPSKI et O. DIMITROV. — *Mém. Sci. Rev. Met.*, **65**, n° 12 (1968), 877.
- (2) A. SERREAU, M^{me} J. RZEPSKI et O. DIMITROV. — *C.R. Acad. Sci.*, **267 C** (1968), 1006.
- (3) J. C. DURAND, Th. CHAUDRON et J. MONTUELLE. — *Bull. Soc. Chim. France*, **11** (1965), 3109.
- (4) P. ANTONIUCI, J. C. DURAND, B. RONDOT et J. MONTUELLE. — *Bull. Soc. Chim. France*, **3** (1970), 1209.
- (5) A. SERREAU et O. DIMITROV. — *Mem. Sci. Rev. Met.* (à paraître).
- (6) D. F. STEIN et J. R. LOW JR. — *Acta Met.*, **14** (1966), 1183.
- (7) B. JAOL et D. GONZALEZ. — *J. Mech. Phys. Solids*, **9** (1961), 16.
- (8) W. D. BRIGGS et P. L. PRATT. — *Acta Met.*, **6** (1958), 694.
- (9) N. P. ALLEN. — *J. Iron Steel Inst.*, **191** (1959), 1.
- (10) B. EDMONSON. — Cité par Allen, Ref. (9).
- (11) D. S. TOMALIN et D. F. STEIN. — *Trans. A.I.M.E.*, **233** (1965), 2056.
- (12) W. P. REES et B. E. HOPKINS. — *J. Iron Steel Inst.*, **172** (1952), 403.
- (13) J. R. RELICK, C. J. MC MAHON JR. et H. L. MARCUS. — *Met. Trans.*, **2** (1971), 342.
- (14) A. W. SLEESWYK. — *Acta Met.*, **10** (1962), 803.
- (15) R. HONDA. — *J. Phys. Soc. Japan*, **16** (1961), 1309.
- (16) F. TERASAKI. — *Acta Met.*, **15** (1967), 1057.
- (17) B. A. BILBY et R. BULLOUGH. — *Phil. Mag.*, **45** (1954), 631.
- (18) C. F. TIPPER et E. O. HALL. — *J. Iron Steel Inst.*, **175** (1953), 9.
- (19) J. R. LOW JR. et R. G. FEUSTEL. — *Acta Met.*, **1** (1953), 185.
- (20) Ph. VAGNIEUX, P. AZOU et P. BASTIEN. — *C.R. Acad. Sci. Paris*, **270** (1970), 1635.
- (21) E. B. SIMONSEN. — *Acta Met.*, **8** (1960), 809.
- (22) J. O. STIEGLER, C. K. H. DU BOSE et C. J. MC HARGUE. — *Acta Met.*, **12** (1964), 263.
- (23) J. LEVASSEUR. — Rapport IRSID (avril 1970).

